

Minyak zaitun sebagai minyak makanan



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Pendahuluan.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan.....	1
3 Definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh.....	2
6 Cara Uji.....	2
7 Cara pengemasan	11
8 Syarat Penandaan	11



Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia (SNI) Minyak zaitun sebagai minyak makan merupakan SNI yang disusun untuk melindungi kesehatan dan keselamatan juga untuk :

1. Melindungi produsen
2. Mendukung perkembangan industri hasil pertanian
3. Mendukung ekspor non migas
4. Menunjang instruksi Menteri Perindustrian No. 04/M/INS/10/1989.

Standar ini disusun berdasarkan hasil pembahasan dalam Rapat-rapat Teknis, Pra Konsensus dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus pada tanggal 9 Desember 1996 yang dihadiri oleh wakil-wakil produsen, gabungan produsen makanan minuman indonesia, konsumen, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi serta instansi pemerintah yang terkait.



Minyak zaitun sebagai minyak makanan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan.

2 Acuan

- Codex Alimentarius Commission, 1993. Codex Standard for Edible Soya bean Oil Codex Stan 20-1981 in Oils, and Related Products Codex Alimentarius Vol. 8. Food and Agriculture Organization of the United Nations WHO
- SNI I9-0429-1989, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat
- SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak
- SNI 01-0222-1995, Bahan tambahan makanan
- SNI 19-2806-1992, Cara uji cemaran logam
- SNI 01-3191-1992, Penentuan warna

3 Definisi

minyak zaitun sebagai minyak makan adalah minyak yang diperoleh dari biji buah zaitun (*Olea europaea*) dan telah mengalami proses pemurnian dengan atau tanpa penambahan bahan tambahan makanan yang diizinkan.

4 Syarat mutu

Tabel 1. Syarat mutu minyak zaitun

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1.	Keadaan		
1.1	Warna	-	normal
1.2	Bau dan Rasa	-	normal
2	Air dan kotoran, b/b	%	maks. 0,1
3	Asam lemak bebas	%	maks. 1,8
4	Bilangan penyabunan	mg KOH /g contoh	184 - 196
5	Bilangan iod (wijs)	g Iod/100 g	75 - 94
6	Komposisi Asam Lemak (GC) :		
6.1	C 14 : 0	%	< 0,1
6.2	C 16 : 0	%	7,5 - 20,0
6.3	C 16 : 1	%	0,3 - 3,5

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
6.4	C 18 : 0	%	0,5 - 5,0
6.5	C 18 : 1	%	55,0 - 83,0
6.6	C 18 : 2	%	3,5 - 21,0
6.7	C 18 : 3	%	< 1,5
6.8	C 20 : 0	%	< 0,8
6.9	C 22 : 0	%	< 1,3
6.10	C 24 : 0	%	< 1,0
7	Bahan tambahan makanan		
7.1	Antioksidan	%	Sesuai SNI 01-0222-1995
8	Cemaran logam		
8.1	Timbal (Pb)	Mg/kg	Maks 0,1
8.2	Besi (Fe)	Mg/kg	Maks 1,5
8.3	Tembaga (Cu)	Mg/kg	Maks 0,1
8.4	Seng (Zn)	Mg/kg	Maks 40,0
8.5	Timah (Sn)	Mg/kg	Maks 40,0 / 250,0*
8.6	Raksa (Hg)	Mg/kg	Maks 0,05
9	Cemaran Arsen (As)	Mg/kg	Maks 0,1

* Dikemas dalam kaleng

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.*

6 Cara Uji

6.1 Keadaan

6.1.1 Warna

Cara uji warna sesuai dengan SNI 01-3191-1992, *Penentuan warna.*

6.1.2 Bau dan rasa

Cara uji bau dan rasa sesuai dengan SNI 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman*, butir 1.2, diuji secara organoleptik.

6.2 Penyiapan contoh

Penyiapan contoh uji kimia sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak.*

6.3 Air

Cara uji air sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak.*

6.4 Kotoran

6.4.1 Prinsip

Penyaringan kotoran yang terdapat di dalam minyak dan penimbangan.

6.4.2 Peralatan

6.4.2.1 Neraca analisis, kapasitas 200g, ketelitian 0,1 mg

6.4.2.2 Cawan gooch (kaca masir) No. G2

6.4.2.3 Oven

6.4.2.4 Pompa vakum

6.4.2.5 Gelas piala, kapasitas 250 ml

6.4.3 Pereaksi

Petroleum benzin yang memiliki titik didih 40°C - 60°C.

6.4.4 Cara kerja

6.4.4.1 Timbang contoh lebih kurang 20g, ke dalam gelas piala

6.4.4.2 Tambahkan 75 ml larutan petroleum benzin ke dalam contoh, dan panaskan di atas penangas air hingga lemaknya larut.

6.4.4.3 Saring larutan dengan menggunakan cawan gooch yang sudah diketahui bobotnya sambil dibantu alat pompa vakum.

6.4.4.4 Cuci cawan gooch beberapa kali dengan 10 ml larutan petroleum benzin.

6.4.4.5 Keringkan cawan gooch beserta isinya di dalam oven pada suhu $101^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ selama 45 menit.

6.4.4.6 Dinginkan cawan gooch di dalam desikator selama 20 menit, lalu ditimbang.

6.4.4.7 Ulangi pengeringan, pendinginan, dan penimbangan hingga selisih bobot antara beberapa penimbangan tidak melebihi dari 0,0005 g.

6.4.4.8 Penentuan dilakukan dua kali pada contoh uji yang sama.

6.4.5 Perhitungan

Kadar kotoran dinyatakan sebagai persentase bobot per bobot :

$$= \frac{M2 - M1}{M} \times 100\%$$

Keterangan :

M adalah bobot contoh uji (g)

M1 adalah bobot cawan gooch (g)

M2 adalah bobot cawan gooch beserta isinya (g)

6.5 Asam lemak bebas

Cara uji asam lemak bebas sesuai SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak*.

6.6 Bilangan penyabunan

Cara uji bilangan penyabunan sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak*.

6.7 Bilangan iod

Cara uji bilangan iod sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak*.

6.8 Bahan tidak tersabunkan

Cara uji bahan tidak tersabunkan sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak*.

6.9 Komposisi asam lemak

6.9.1 Prinsip

Asam-asam lemak yang sudah terbebas dari trigliseridanya dapat dipisahkan dengan penggaraman sehingga lebih mudah larut dalam air.

Garam dari asam lemak yang terpisah kemudian dilepaskan kembali menjadi asam dengan pengasaman. Asam-asam lemak yang terlepas kemudian dimurnikan dan dipisahkan melalui kromatografi gas.

6.9.2 Pereaksi

6.9.2.1 Larutan kalium hidroksida, KOH 10N :

Timbang sebanyak 5,61 g kalium hidroksida, larutkan dalam 5 ml air suling aduk sampai larut sambil didinginkan, setelah dingin tambahkan air suling dan impitkan sampai tanda garis pada labu ukur 10 ml.

6.9.2.2 Campuran larutan etanol - dietil eter (3 : 1 v/v).

6.9.2.3 Larutan petroleum eter (30 – 60°C).

6.9.2.4 Larutan asam klorida 1,5N

Pipet 2,65 ml asam klorida pekat, larutkan sampai 20 ml dengan air suling.

6.9.2.5 Heptana, untuk khromatografi**6.9.2.6 Metanol yang mengandung kurang dari 0,5% (m/m) air.****6.9.2.7 Natrium sulfat anhidrat.****6.9.2.8 Larutan KOH dalam metanol 1 N. Larutkan 5,6 g KOH dalam 100 ml metanol.****6.9.2.9 Nitrogen yang mengandung kurang dari 5 mg/kg oksigen.****6.9.3 Peralatan****6.9.3.1 Kromatografi yang dilengkapi dengan integrator :**

Detektor	: <i>Flame Ionization Detector</i> (FID)
Kolom	: Gelas, ukuran 4,1 m x 3,2 mm (ID), kolom kapiler
Isi kolom	: 20% DEGS pada Chromosorb WAW 60/80 mesh atau setara, temperatur maksimum 225°C
Gas pembawa	: Nitrogen
Suhu awal kolom	: 100°C
Suhu akhir kolom	: 180°C
Suhu injektor	: 210°C
Suhu detector	: 210°C
Ukuran	: 5 ul

6.9.3.2 Alat-alat gelas

Labu lemak, corong pemisah, labu ukur, erlenmeyer, refluks, pengaduk magnet, erlenmeyer bermulut sempit.

6.9.3.3 Penangas air**6.9.3.4 Vacum rotary evaporator****6.9.3.5 Neraca analitik****6.9.3.6 Tabung dalam (inlet tube) untuk mengalirkan gas nitrogen.****6.9.4 Cara kerja****6.9.4.1 Penyabunan lipid dan pembebasan asam lemak**

6.9.4.1.1 Penyabunan

- Timbang kira-kira 1 gram contoh masukkan ke dalam erlenmeyer
- Tambahkan 50 ml campuran larutan etanol : dietil eter (3 : 1 v/v) dan 0,5 ml KOH 10N
- Letakkan labu pada penangas air yang mendidih selama 2 jam dengan pendingin tegak (jika perlu tambahkan lagi etanol agar volumenya tetap)
- Dinginkan dan tambahkan ± 30 ml air untuk menghasilkan larutan sabun yang mengandung 50% etanol air
- Tambahkan 75 ml petroleum-eter (30 - 60°C) dalam corong pemisah sambil dikocok dengan kuat dan biarkan semalaman atau sampai larutan dari tersebut jernih dan memisah. Bagian atas terdiri dari petroleum eter dan sterol-sterol (kholesterol) dan bagian bawah adalah air-alkohol dengan garam-garam kalium dari asam lemak
- Pindahkan phase petroleum-eter yang mengandung sterol untuk ditetapkan dengan gas kromatografi atau secara colorimetri.
- Cuci bagian bawah dengan petroleum - eter sebanyak 3 kali kemudian pisahkan untuk analisa asam lemak.

6.9.4.1.2 Pembebasan asam lemak

- Bagian bawah yang telah dipisahkan tadi, tambahkan 10 ml HCl 1,5 N dan 75 ml petroleum-eter lalu kocok dan biarkan sampai larutan tersebut jernih dan memisah
- Phase bagian atas adalah petroleum-eter yang mengandung asam lemak. Phase bagian bawah dicuci dengan petroleum-eter sebanyak 3 kali, kemudian pisahkan
- Ke dalam petroleum yang mengandung asam lemak tambahkan ± 30 ml air sebagai pencuci, lalu kocok, kemudian phase air yang terdapat dibagian bawah dibuang
- Petroleum eter dikeringkan.

6.9.4.2 Metilasi**6.9.4.2.1 Metilasi dengan BF-3**

- Tambahkan BF-3 metanol ke dalam asam lemak (100/200 mg asam lemak dapat dimetilasi dengan 3 ml pereaksi)
- Didihkan pada penangas air yang berisi air mendidih selama 2 menit.
Pindahkan campuran ini ke dalam corong pemisah dan tambahkan ± 30 ml petroleum eter dan 20 ml air, lalu kocok, lapisan bagian bawah dibuang
- Uapkan petroleum eter pada suhu dibawah 40°C dan asam lemak yang terbentuk diencerkan sampai 1 ml dengan petroleum-eter. Lalu diinjeksikan ke alat kromatografi gas.

6.9.4.2.2 Metilasi tanpa BF-3

- Timbang kira-kira 4 g lemak ke dalam labu dasar bulat atau erlenmeyer. Jika minyak atau asam lemak tersebut termasuk asam lemak yang mengandung lebih dari 2 ikatan rangkap, disarankan untuk mengeluarkan udara dari metanol dan labu tersebut dengan mengalirkan gas nitrogen ke dalam metanol tersebut beberapa menit

- b. Tambahkan 40 ml metanol, 0,5 ml larutan KOH dan batu didih
- c. Kencangkan kondensor refluks, aduk dan didihkan larutan harus menjadi jernih. Reaksi umumnya selesai setelah 5-10 menit
- d. Dinginkan erlenmeyer dengan air yang mengalir dan pindahkan isinya ke dalam corong pemisah
- e. Bilas erlenmeyer dengan 20 ml heptana, kemudian pindahkan ke dalam corong pemisah
- f. Tambahkan air kira-kira 40 ml, kocok dan biarkan memisah. Senyawa ester akan berada pada lapisan paling atas heptana, pisahkan
- g. Ekstrak lagi lapisan yang mengandung air dengan 20 ml heptana
- h. Gabung kedua ekstrak dan cuci dengan 25 ml air. Pisahkan dan keringkan larutan ester dengan Natrium sulfat anhidrat.
- i. Saring melalui benang wool ke dalam erlenmeyer bernulut sempit dan uapkan larutan sehingga menjadi 20 ml di atas penangas air sambil dialiri gas Nitrogen. Lalu diinjeksikan ke alat khromatografi gas.

6.9.4.3 Perhitungan

Hitung konsentrasi tiap komponen sebagai presentasi berat dari metil ester dengan menentukan presentasi yang diwakili oleh tiap area dibawah masing-masing puncak (peak) dengan rumus berikut :

$$\% \text{ asam lemak} = \frac{\lambda_i}{\sum \lambda} \times 100$$

Keterangan :

λ_i adalah area dibawah puncak komponen i

$\sum \lambda$ adalah jumlah area dibawah semua puncak

Hasil ditulis dengan satu desimal

6.10 Antioksidan

6.10.1 Prinsip

Penentuan kandungan antioksidan-antioksidan dengan cara pemisahan masing-masing komponen dengan menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dan membandingkannya dengan standar.

6.10.2 Peralatan

6.10.2.1 *Gradient Liquid Chromatograph*, yang dilengkapi dengan recorder pencatat 10-mv, pipa loop injeksi untuk 20 ul contoh dan alat pengukur detector pada 280 nm.

6.10.2.2 Kolom HPLC, stainless steel, panjang 250 mm, 4,6 mm di kemas dalam lichrosorb 10 um RP-18 (E. Merck, Darmstadt, Germany) atau yang setara. Gunakan "guard column"

jika diperlukan 7 jenis antioksidan harus didapat pada pemisahan khromatogram.

6.10.2.3 Gelas piala pyrex[™] 50 ml & 150 ml

6.10.2.4 Corong pemisah (separator) 125 ml dan 250 ml.

6.10.2.5 Labu ukur 50 ml dan 100 ml.

6.10.2.6 Labu dasar bulat (labu didih) 250 ml.

6.10.2.7 Gelas ukur bertutup 10 ml.

6.10.3 Pereaksi

6.10.3.1 Pelarut, didestilasikan dalam gelas, Acetonitril HPLC grade, 2-propanol dan heksana.

6.10.3.2 HPLC mobile phase, pelarut HPLC grade atau yang setara :

- a. Aquabides, ditambah 5 % asam asetat
- b. Asetonitril, ditambah 5 % asam asetat

6.10.3.3 Standar Antioksidan : BHA (Campuran dari 2 dan 3 isomer), BHT, TBHQ, Ionox-100, THBP dan PG (diperoleh dari Polyscience Corp, Niles, IL.USA); NDGA (*Food Chemicals Codex Reference Standard*) atau yang setara.

6.10.3.4 Larutan standar : Dinginkan semua larutan antioksidan di refrigerator dan terhindar cahaya. Siapkan semua larutan dengan 2-propanol + acetonitril (1 : 1).

- a. Larutan Stock (1 mg/ml). Dengan teliti timbang dan pindahkan masing-masing 50 mg antioksidan ke dalam labu ukur 50 ml, larutkan, encerkan sampai tanda garis dan kocok.
- b. Larutan standar (0,01 mg/ml = 10 ug/ml). "Pipet 1 ml larutan stock/ cadangan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis dan kocok.

6.10.3.5 Pelarut untuk ekstraksi

Jenuhkan heksana dan acetonitril dengan mengocok selama 2 menit dan pisahkan. Gunakan pelarut jenuh ini untuk ekstraksi berikut, kecuali ada tujuan khusus.

6.10.4 Cara kerja

6.10.4.1 Ekstraksi minyak

- a. Timbang dengan teliti 20 mg minyak ke dalam gelas piala 50 ml dan secara kuantitatif pindahkan ke labu ukur 100 ml, bilas gelas piala dengan heksana. Encerkan sampai tanda garis dengan heksana dan campurkan.

- b. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah 125 ml dan ekstrak dengan 3 porsi a 50 ml asetonitril. Jika terbentuk emulsi, hilangkan emulsi tersebut dengan membiarkan corong pemisah tersebut diatas air hangat selama 5-10 detik. Kumpulkan ekstrak dalam corong pemisah 250 ml dan biarkan ekstrak mengalir perlahan kedalam labu didih 250 ml untuk mempermudah pemisahan titik-titik minyak dari heksana.

Catatan :

Pada saat ini, ekstrak asetonitril 150 ml dapat disimpan semalaman dalam keadaan dingin direfrigerator.

- c. Uapkan ekstrak asetonitril sampai 3-4 ml dengan menggunakan labu penguap dengan penangas air pada suhu tidak lebih dari 40°C. Penguapan harus sudah selesai selama kurang dari 10 menit.

Catatan : Kehilangan TBHQ dapat terjadi pada penguapan terlalu lama. Gunakan sistim vakum yang efisien dan pendinginan dengan air es untuk mengurangi waktu penguapan.

- d. Gunakan pipet sekali pakai, pindahkan campuran asetonitril dan minyak ke dalam gelas ukur 10 ml. Bilas wadah dengan sedikit acetone tidak jenuh dan pindahkan bekas bilasan ke dalam gelas ukur tersebut menggunakan pipet sampai terkumpul 5 ml. Bilas pipet dan teruskan membilas wadah (*flask*) tersebut ke dalam gelas ukur sampai tepatnya terkumpul 10 ml. Campurkan semua isi gelas ukur tersebut.

Catatan : Hindari penundaan analisis setelah penyiapan contoh karena kehilangan TBHQ dapat terjadi.

6.10.4.2 Ekstraksi lemak atau shortening

- a. Timbang dengan teliti 10 g lemak atau shortening ke dalam labu ukur 150 ml. Larutkan contoh dengan menambahkan kira-kira 30 ml heksana, panaskan perlahan jika perlu. Encerkan sampai tanda garis dan kocok. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah 125 ml.
- b. Lanjutkan ekstraksi seperti cara kerja 1 (b).

6.10.4.3 Khromatografi

- a. Siapkan alat khromatografi cair kinerja tinggi pada :
- Kondisi operasional khusus, sensitivitas detektor, 0,05 AUFS, waktu konstan, 0; suhu \pm kamar, kecepatan alir : 2 ml/menit .
 - Gunakan linier gradient dari 30% (b) dalam (a) sampai 100% (b) selama 10 menit, kemudian selama 4 menit dipertahankan pada 100 % (b) pada kecepatan alir 2 ml/menit.
 - Khusus untuk contoh, naikan kecepatan alir sampai 6 ml/menit pada 100% larutan (b) selama 5 menit, atau sampai lipid nonpolar (eluted).
 - Untuk contoh dan standar, kembalikan pada kondisi 30% (b)

selama 1 menit pada 2 ml/menit, dan biarkan baseline, tekanan dan komposisi phase-mobile stabil, memerlukan sekitar 10 menit.

- Jalankan *blank gradient* (tanpa injeksi)
- Harus tidak ada *peak* yang rancu (*interfering*), jika *peak* yang kecil tidak dapat dihilangkan, semua tinggi *peak* lain harus dikoreksi.

b. Injek 20 mikroliter larutan contoh yang sudah disiapkan.

c. Injek 20 mikroliter larutan standar.

d. Identifikasi *peak* dengan membandingkannya dengan waktu retensi standard.

Catatan : Oktil gallat (diperoleh dari Pfaltz and Bauer, Inc, Stamford, CT, USA), jika ada dapat "coelute" dengan Ionox-100, tetapi dapat dipisahkan dengan "H₂O - *methanol gradient*" sebagai berikut : 30% (c) (metanol dengan 5% asam asetat) dalam (a) (H₂O dengan 5% asam asetat) sampai 100% (c) selama 10 menit.

Jika kedua Ionox-100 dan oktil gallat ada, dapat dilakukan perhitungan yang tepat.

e. Lakukan determinasi larutan dengan larutan blanko, ganti heksana minyak dengan 25 ml heksana. Teruskan ekstraksi seperti pada cara kerja 1 (b). Injeksikan 20 mikroliter larutan blanko, dan program pelarut seperti dijelaskan. *Peak* yang rancu (*interfering*) dengan determinasi antioksidan lain tidak boleh ada. Gunakan khromatogram blanko sebagai acuan, tentukan tinggi rata-rata *peak* (luas area) dari contoh antioksidan dari dua kali (duplo) injeksi dan rata-rata tinggi *peak* dari antioksidan standar dari dua kali (duplo) injeksi sebelum dan sesudah contoh.

6.10.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi antioksidan sebagai berikut :

$$\text{Antioksidan, mg/kg (ppm)} = \frac{R \times C_s}{R' \times W_x} \times D$$

Keterangan :

R dan R'	adalah tinggi <i>peak</i> contoh dan standar
C _s	adalah konsentrasi standar dalam ug/ml
W _x	adalah berat contoh dalam g/ml dalam 10 ml ekstrak akhir
D	adalah faktor pengenceran, jika larutan yang diinjeksi diencerkan.

Catatan :

Untuk antioksidan lain ditetapkan dengan metoda lain yang standar.

6.11 Cemarkan logam

Cara uji cemarkan logam sesuai dengan SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemarkan logam*.

6.12 Cemarkan arsen

Cara uji cemarkan arsen sesuai dengan SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemarkan logam*, butir 6.

7 Cara pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

8 Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan Undang-undang RI No. 23 tahun 1992 tentang kesehatan serta peraturan tentang label dan periklanan yang berlaku.

